

Purification of sulfuryl fluoride

Publication number: DE10111302

Publication date: 2002-09-12

Inventor: BELT HEINZ-JOACHIM (DE); SCHWARZE THOMAS (DE); RIELAND MATTHIAS (DE); HAUSMANN ECKHARD (DE)

Applicant: SOLVAY FLUOR & DERIVATE (DE)

Classification:

- **International:** **B01J20/04; C01B17/45; B01J20/04; C01B17/00; (IPC1-7): C01B17/45**

- **European:** B01J20/04; C01B17/45

Application number: DE20011011302 20010309

Priority number(s): DE20011011302 20010309

Also published as:



WO02072472 (A1)

EP1370487 (A1)

US2004131536 (A1)

EP1370487 (A0)

Report a data error here

Abstract of DE10111302

Sulfuryl fluoride can be used as an insulation gas in electrical devices or pesticides. It often contains sulfur dioxide, hydrogen fluoride and hydrogen chloride. An effective purification is possible when the sulfuryl fluoride so contaminated is guided over alkali fluoride. Purification can be carried out during production, storage, but also before or during use of the sulfuryl fluoride as, for example, pesticide.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

This Page Blank (uspto)



①⑨ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift
DE 101 11 302 A 1**

⑤① Int. Cl. 7:
C 01 B 17/45

②① Aktenzeichen: 101 11 302.1
②② Anmeldetag: 9. 3. 2001
④③ Offenlegungstag: 12. 9. 2002

DE 101 11 302 A 1

⑦① **Anmelder:**
Solvay Fluor und Derivate GmbH, 30173 Hannover,
DE

⑦② **Erfinder:**
Belt, Heinz-Joachim, 30938 Burgwedel, DE;
Schwarze, Thomas, 31275 Lehrte, DE; Rieland,
Matthias, 30559 Hannover, DE; Hausmann,
Eckhard, 30519 Hannover, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

- ⑤④ **Reinigung von Sulfurylfluorid**
⑤⑦ Sulfurylfluorid kann als Schädlingsbekämpfungsmittel verwendet werden. Es enthält oft Schwefeldioxid, Fluorwasserstoff und Chlorwasserstoff. Eine effektive Reinigung ist möglich, wenn das derart verunreinigte Sulfurylfluorid über ein Alkalifluorid geleitet wird. Die Reinigung kann während der Herstellung, während der Aufbewahrung, aber auch vor oder während der Anwendung, beispielsweise als Schädlingsbekämpfungsmittel, durchgeführt werden.

DE 101 11 302 A 1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Erzeugung von gereinigtem Sulfurylfluorid.

[0002] Sulfurylfluorid kann als Schädlingsbekämpfungsmittel eingesetzt werden. Herstellungsbedingt können im Rohprodukt noch Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff bzw. Schwefeldioxid und gegebenenfalls auch organische Verunreinigungen wie Dichlorethan enthalten sein. Die Reinigung von Sulfurylfluorid ist mittels Wasserwäsche zwar möglich; dabei wird das Gas angefeuchtet, und es kann zur Hydrolyse mit Fluorwasserstoffbildung kommen.

[0003] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren anzugeben, mit welchem Sulfurylfluorid effektiv gereinigt werden kann. Diese Aufgabe wird durch das in den Ansprüchen angegebene Verfahren gelöst.

[0004] Das erfindungsgemäße Verfahren zur Erzeugung von gereinigtem Sulfurylfluorid aus verunreinigtem Sulfurylfluorid, welches Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff und/oder Schwefeldioxid sowie gegebenenfalls organische Verunreinigungen enthält, sieht vor, daß man das verunreinigte Sulfurylfluorid mit Alkalimetallfluorid kontaktiert. Bevorzugtes Alkalimetallfluorid ist Kaliumfluorid. Es liegt in fester Phase vor.

[0005] Das Kontaktieren des zu reinigenden Rohproduktes mit dem Alkalifluorid wird vorzugsweise im Temperaturbereich von -20°C bis 150°C , vorzugsweise 0°C bis 30°C durchgeführt.

[0006] Es ist möglich, das verunreinigte Sulfurylfluorid unmittelbar nach seiner Herstellung durch Kontaktieren mit Alkalimetallfluorid zu reinigen. Möglich ist auch, es unmittelbar vor seiner Anwendung oder auch während der Anwendung zu reinigen. Beispielsweise kann man Sulfurylfluorid vor der Verwendung als Schädlingsbekämpfungsmittel über Alkalimetallfluorid leiten, um Verunreinigungen zu entfernen. Alternativ oder zusätzlich kann man während seiner Anwendung als Begasungsmittel einen Teil der Begasungsatmosphäre im Kreislauf führen und dabei jeweils einen Kontakt mit Alkalimetallfluorid vorsehen.

[0007] Es ist auch möglich, das Sulfurylfluorid über Alkalimetallfluorid aufzubewahren. Natürlich kann man das Verfahren auch mehrfach durchführen, z. B. unmittelbar nach der Herstellung und unmittelbar vor der Anwendung oder während der Anwendung.

[0008] Das Alkalimetallfluorid kann auch mit anderen Adsorptionsmitteln kombiniert eingesetzt werden. Beispielsweise kann man es zusammen mit Aktivkohle oder mit Trockenmitteln einsetzen.

[0009] Das beladene Alkalimetallfluorid kann beispielsweise thermisch regeneriert werden.

[0010] Vorteil des Verfahrens ist, daß das gereinigte Sulfurylfluorid nicht mit Wasser beladen wird. Wasser ist unerwünscht, weil es zur langsamen Hydrolyse des Sulfurylfluorids, führt. Bei der Anwendung als Schädlingsbekämpfungsmittel ist eine erhöhte Luftfeuchtigkeit unerwünscht, beispielsweise werden Gegenstände oder auch die Wände der Räume selbst (besonders in Kalksteingebäuden) durch das Hydrolyseprodukt Fluorwasserstoff angegriffen. Das erfindungsgemäß gereinigte Sulfurylfluorid weist einen niedrigen Feuchtigkeitsgehalt auf. Ein weiterer Vorteil ist die Regenerierbarkeit des Alkalimetallfluorids. Auch die etwaig mit eingesetzte Aktivkohle oder andere Sorptionsmittel wie Kieselgelperlen (z. B. zur Abtrennung von Wasser) können thermisch regeneriert werden.

[0011] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Sorbens-Kit, welches Alkalimetallfluorid, vorzugsweise Kaliumfluorid, und mindestens ein weiteres festes Sorptionsmittel enthält oder daraus besteht. Als Sorptionsmittel kommen

solche in Betracht, welche Wasser, Halogene oder organische Verbindungen zu adsorbieren vermögen. Bevorzugt ist neben Alkalimetallfluorid, Aktivkohle, Kieselgel und/oder Zeolith enthalten. Mit einem solchen Sorbens-Kit kann nicht nur Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff und Schwefeldioxid, sondern auch etwaig enthaltenes Wasser oder organische Bestandteile wie z. B. Dichlorethan abgetrennt werden. Dies ist nicht nur von Vorteil bei der Reinigung des soeben hergestellten Rohproduktes, sondern auch und besonders während der Anwendung. Bei der Anwendung als Schädlingsbekämpfungsmittel beispielsweise können auf diese Weise Hydrolyseprodukte des Sulfurylfluorids und auch Wasser entfernt werden.

[0012] Im Sorbens-Kit kann das Alkalimetallfluorid und das weitere feste Sorptionsmittel vermischt oder separat voneinander vorliegen, als Schüttung eines Pulvers, eines Granulats, von Pellets, als Extrudat oder in anderer Form.

[0013] Das folgende Beispiel soll die Erfindung weiter erläutern, ohne sie in ihrem Umfang einzuschränken.

Beispiel

Reinigung von Sulfurylfluorid mittels Kaliumfluorid/Aktivkohle

[0014] Eingesetzt wurde ein Absorbergefäß mit 2 l Rauminhalt. Es wurde mit einer unteren Schicht Aktivkohle, mit einer darüber angeordneten Kaliumfluoridschicht und einer abschließenden Aktivkohleschicht befüllt. Als Testgas wurden 3 kg Sulfurylfluorid eingesetzt, die mit etwa 107 ppm (v/v) Chlorwasserstoff, 119 ppm (v/v) Fluorwasserstoff und 430 ppm (v/v) Schwefeldioxid angereichert waren. Nach dem Durchleiten lagen die Verunreinigungen unterhalb der Nachweisgrenze.

Regenerierung des Sorbens-Kits aus Aktivkohle und Kaliumfluorid

[0015] Das Absorbergefäß wurde auf eine Temperatur von oberhalb 200°C erhitzt, dabei wurde ein Stickstoffstrom durch die Schüttung durchgeleitet. Das das Absorbergefäß verlassende Gas wurde durch einen Wasserwäscher durchgeleitet. Nach dem Regenerieren konnte das Absorbergefäß erneut zur Reinigung von Sulfurylfluorid eingesetzt werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Erzeugung von gereinigtem Sulfurylfluorid aus verunreinigtem Sulfurylfluorid, das Fluorwasserstoff und/oder Chlorwasserstoff und/oder Schwefeldioxid sowie gegebenenfalls weitere Verunreinigungen wie Dichlorethan enthält, durch Kontaktieren des verunreinigten Sulfurylfluorids mit Alkalimetallfluorid.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Sulfurylfluorid reinigt, welches Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff und Schwefeldioxid enthält.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das Kontaktieren mit Alkalifluorid bei einer Temperatur im Bereich von -20°C bis 150°C durchführt.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das Verfahren unmittelbar nach der Herstellung des Sulfurylfluorids und/oder unmittelbar vor oder während der Anwendung durchführt.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das mit Fluorwasserstoff, Chlorwasserstoff bzw. Schwefeldioxid beladene Alkalifluorid rege-

neriert.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Kaliumfluorid als Alkalimetallfluorid einsetzt.

7. Sorbens-Kit, umfassend Alkalimetallfluorid und mindestens ein weiteres festes Sorptionsmittel. 5

8. Sorbens-Kit, umfassend Alkalimetallfluorid und Aktivkohle, Kieselgel und/oder Zeolith.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -

This Page Blank (uspto)